

**PARTIAL ENGLISH TRANSLATION OF JP 2001-226700 A**

Publication No.: 2001-226700  
Publication Date: August 21, 2001  
Patent Application No.: 2000-38933  
Filing Date: February 17, 2000  
Applicant: Japan Energy Corp.  
Inventors: OKADA Tomomi  
MATSUSHITA Keita

**[TITLE OF INVENTION]**

Detergent liquid composition

**[CLAIMS]****[Claim 1]**

A detergent liquid composition comprising 10 to 60 percent by weight of N-methyl-2-pyrrolidone and 90 to 40 percent by weight of an aromatic compound component containing an aromatic hydrocarbon having 10 or 11 carbon atoms as a main component.

**[Claim 2]**

A detergent liquid composition according to claim 1, wherein the composition has a 5% distilled-out temperature of 180 to 205°C and a 95% distilled-out temperature of 195 to 235°C, and a difference between the 5% distilled-out temperature and the 95% distilled-out temperature is less than 35°C.

**[Claim 3]**

A method for cleansing a thing, comprising the steps of cleansing a thing using a detergent liquid composition

according to claim 1 or 2, and thereafter distilling the detergent liquid composition and recycling it.

**[DETAILED EXPLANATION OF INVENTION]**

[0001]

[Technical Field]

The present invention relates to a detergent liquid composition for cleansing precision components such as electric and electronic components, optical components, and the like. In particular, it relates to a detergent liquid composition which can be distilled and recycled.

[0002]

[Background Art]

...

[0007]

[Description of Embodiments]

...

[0014]

Dirt deposited on cleansed objects includes asphalt pitch, a wax, turpentine, fats and oils, machine oil, grease, flux, photoresist, adhesives, and the like. Especially, the present invention is suitable for cleansing dirt such as asphalt pitch, cyano-based adhesives, and uncured synthetic resins. ...

...

[0021]

[Examples]

...

[0024]

Aromatic component No. 1 contains 38 percent by weight of a  $C_{11}$  alkylbenzene, 36 percent by weight of a  $C_{10}$  alkylbenzene, 15 percent by weight of methylindane, and 6 percent by weight of naphthalene. ...

[0025]

Aromatic component No. 2 contains 26 percent by weight of a  $C_{11}$  alkylbenzene, 23 percent by weight of methylnaphthalene, 14 percent by weight of naphthalene, 13 percent by weight of a  $C_{12}$  alkylbenzene, 10 percent by weight of a  $C_{10}$  alkylbenzene, 6 percent by weight of methylindane, and 5 percent by weight of a  $C_{11}$  alkylindane.

...

[0026]

Detergent liquid composition No. 1 was prepared by blending 20 percent by weight of N-methyl-2-pyrrolidone (hereinafter referred to as NMP) to aromatic component No. 1. Detergent liquid composition No. 2 was prepared by blending 50 percent by weight of NMP to aromatic component No. 2. ...

...

## DETERGENT LIQUID COMPOSITION

**Publication number:** JP2001226700 (A)

**Publication date:** 2001-08-21

**Inventor(s):** OKADA TOMOMI; MATSUSHITA KEITA +

**Applicant(s):** JAPAN ENERGY CORP +

**Classification:**

- **international:** C11D17/08; C11D7/24; C11D7/32; C11D7/50; C11D17/08; C11D7/22; C11D7/50;  
(IPC1-7): C11D17/08; C11D7/24; C11D7/32; C11D7/50

- **European:**

**Application number:** JP20000038933 20000217

**Priority number(s):** JP20000038933 20000217

Abstract of JP 2001226700 (A)

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a detergent liquid composition which can be distilled and recycled and has sufficient cleansing characteristics. **SOLUTION:** This detergent liquid composition characterized by containing 10 to 60 wt.% of N-methyl-2-pyrrolidone and 90 to 40 wt.% of an aromatic compound component containing a 10 or 11C aromatic hydrocarbon compound as a main component, especially preferably having a 5% distilled-out temp. of 180 to 205 deg.C, a 95% distilled-out temp. of 195 to 235 deg.C and a difference of <=35 deg.C between the 5% distilled-out temp. and the 95% distilled-out temp.

Data supplied from the *espacenet* database — Worldwide

(10) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-226700

(P2001-226700A)

(43) 公開日 平成13年8月21日 (2001. 8. 21)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-ラ-ト* (参考)
C 1 1 D	17/08	C 1 1 D 17/08	4 H 0 0 3
	7/24	7/24	
	7/32	7/32	
	7/50	7/50	

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号	特願2000-38933(P2000-38933)	(71) 出願人	000231109 株式会社ジャパンエナジー 東京都港区虎ノ門二丁目10番1号
(22) 出願日	平成12年2月17日 (2000. 2. 17)	(72) 発明者	岡田 知巳 埼玉県戸田市新曽南三丁目17番35号 株式 会社ジャパンエナジー内
		(72) 発明者	松本 景太 埼玉県戸田市新曽南三丁目17番35号 株式 会社ジャパンエナジー内
		(74) 代理人	100096367 弁理士 藤吉 一夫 Fターム(参考) 4B003 BA12 DA14 DA15 DA16 EA04 ED31 FA46

(54) 【発明の名称】 洗浄液組成物

(57) 【要約】

【課題】 洗浄液組成物の蒸留再生による再利用が可能であり、かつ、十分な洗浄特性を有する洗浄液を提供する。

【解決手段】 N-メチル-2-ピロリドンで10～60重量%含有し、炭素数10または11の芳香族炭化水素化合物を主成分とする芳香族化合物成分を90～40重量%含有するものであり、特に、洗浄液組成物の5%留出温度が180～205℃であり、95%留出温度が195～235℃であり、かつ、5%留出温度と95%留出温度の差が35℃以下であることが好ましい。

(2)

特開2001-226700

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 N-メチル-2-ピロリドンを含む10～60重量%含有し、炭素数10または11の芳香族炭化水素化合物を主成分とする芳香族化合物成分を90～40重量%含有する洗浄液組成物。

【請求項2】 請求項1記載の洗浄液組成物の5%留出温度が180～205℃であり、95%留出温度が195～235℃であり、かつ、5%留出温度と95%留出温度の差が35℃以下である請求項1記載の洗浄液組成物。

【請求項3】 請求項1または2記載の洗浄液組成物を用いて洗浄を行い、その後、洗浄液組成物を蒸留再生することを特徴とする洗浄方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、電気・電子部品、光学部品などの精密部品を洗浄するための洗浄液組成物に関する、特に、は、蒸留再生可能な洗浄液組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】 電気・電子部品、光学部品などの精密部品の製造においては、加工にともないその表面には、アスファルトピッチ、ワックス、松脂、油脂、機械油、グリース、フラックス、フォトレジスト、接着剤などの汚れが付着するため、洗浄工程が必要となる。従来、このような洗浄には、フロン系溶剤、あるいはトリクロロエタン、トリクロロエチレン、塩化メチレン等の塩素系溶剤が洗浄剤として使用されている。しかし、特定フロン溶剤やトリクロロエタンはオゾン層を破壊する物質として、1995年米にその製造が禁止され、また、一般に塩素系溶剤は毒性が高く、使用時には大気、水質汚染防止に関する法規制も厳しい。

【0003】 界面活性剤や無機アルカリを添加した水系洗浄剤、リン酸塩類等の水溶性洗浄剤の利用も検討されるが、洗浄力が乏しく、かつ排水処理設備に大きなスペースを必要とし経済性の面から好ましくない。炭化水素系洗浄剤も検討されているが、洗浄特性が十分でない、また、引火性などの点から取り扱いが難しい。

【0004】 極性化合物であるN-メチル-2-ピロリドンを用いて洗浄することが提案されている。しかし、この洗浄剤はプラスチック材料を着し劣化させるためプラスチック部分を含む対象物の洗浄には向きであり、さらに吸水性が高く経時的に劣化する。このため、洗浄液交換頻度が高くなり、経済的でなく、また、使用後の洗浄剤は廃棄物として処理する必要がある、廃棄量も増大する。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、このような課題を解決するもので、洗浄剤の再利用が可能であり、かつ、十分な洗浄特性を有する洗浄液を提供するものである。

2

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明による洗浄液組成物は、N-メチル-2-ピロリドンを10～60重量%含有し、炭素数10または11の芳香族炭化水素化合物を主成分とする芳香族化合物成分を90～40重量%含有するものであり、特に、洗浄液組成物の5%留出温度が180～205℃であり、95%留出温度が195～235℃であり、かつ、5%留出温度と95%留出温度の差が35℃以下であることが好ましい。また、また、本発明による洗浄方法は、上述の洗浄液組成物を用いて洗浄を行い、その後、洗浄液組成物を蒸留再生するものである。

【0007】

【発明の実施の形態】 本発明の洗浄液組成物は、芳香族化合物成分を40～95重量%含有するものであり、40～85重量%、特に50～80重量%含有することが好ましい。この芳香族化合物成分は、炭素数10または11の芳香族炭化水素化合物であり、アルキルベンゼン、ナフタレンまたはメチルナフタレンを主成分とするものであり、これらの化合物を80重量%以上含有することが好ましい。芳香族化合物成分に炭素数9以下、または、炭素数12以上の芳香族炭化水素化合物を多く含むと、蒸留再生時の効率が低下することとなる。

【0008】 具体的な化合物を例示すれば、炭素数10のアルキルベンゼンとして、イソブチルベンゼン、sec-ブチルベンゼン、1,3-ジエチルベンゼン、1-メチル-3-エチルベンゼン、1,4-ジエチルベンゼン、1,3-ジメチル-5-エチルベンゼン、1,2,4,5-テトラメチルベンゼン、メチルインダネン、テトラリンなどが、炭素数11のアルキルベンゼンとして、ペンチルベンゼン、トリメチルエチルベンゼン、ジエチルメチルベンゼン、ジメチルインダネン、エチルインダネンなどが、そして、炭素数11のアルキルナフタレンとして、メチルナフタレンが挙げられる。これらの化合物を単独で用いても必要に応じて2種以上を混合して用いても差し支えない。また、これらの芳香族炭化水素化合物を含有する石油留分などを用いることもできる。

【0009】 本発明の洗浄液組成物は、N-メチル-2-ピロリドンを10～60重量%含有するものであり、含有量が15～60重量%、特に20～50重量%であることが好ましい。含有量が、この範囲を超えると、洗浄対象を構成する材料自体に影響を受ける場合があり、蒸留再生が困難となる場合がある。また、この範囲未満では洗浄特性が十分でない場合がある。この洗浄液組成物の蒸留性状は、5%留出温度が180℃以上205℃以下、95%留出温度が195℃以上235℃以下であり、5%留出温度と95%留出温度の差が35℃以下であることが洗浄液の蒸留再生には好ましい。なお、

50 本明細書における蒸留性状は、蒸留試験はJIS K

(3)

特開 2001-226700

3

2254 (石油製品-蒸留試験方法)に準拠して測定するものである。

【0010】本発明の洗浄液組成物には、本発明の目的を損なわない範囲で、他の炭化水素類、エステル類、アルコール類、ケトン類等の配合成分や、界面活性剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、防錆剤等の慣用の添加剤を含めることができる。界面活性剤としては非イオン性界面活性剤が好ましく、例えば高級アルコールエチレンオキサイド付加物、アルキルフェノールエチレンオキサイド付加物、脂肪酸エチレンオキサイド付加物、高級アルキルアミンエチレンオキサイド付加物、ソルビトール及びソルビタンの脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、シリコン系、フッ素系等いずれのものも使用できる。

【0011】また、紫外線吸収剤及び酸化防止剤としては、洗浄液の長期保存等における安定性の向上に役立ち、紫外線吸収剤としては例えばペンソトリアゾール系、ベンゾフェノン系、ヒンダードアミン系等を使用でき、酸化防止剤としては例えばフェノール系、アミン系、硫黄系、リン系等、本発明の洗浄液組成物に溶解するものはいずれも使用できる。フェノール系酸化防止剤を、50〜1000ppm添加することが特に好ましい。

【0012】本発明の洗浄液を用いた洗浄方法においては、洗浄液組成物と洗浄対象物とを接触させる方法自体は特に制限はなく、公知のいずれの方法も使用できる。例えば、洗浄液組成物を浸したスポンジ等による洗浄対象物表面の拭き取り、洗浄対象物を洗浄液組成物への浸漬する及び/又は洗浄対象物をスプレー等により洗浄液組成物を吹きつけることが好ましい。浸漬による洗浄においては、洗浄効果を高めるために、同時に攪拌、振動、超音波又はエアバブリング等組み合わせることが更に好ましい。この場合、超音波の使用条件は、例えば発振周波数20〜100kHz、発振出力10〜200W/Lが好ましい。エアバブリングでは、微細な気泡を、好ましくは空気を洗浄液の体積比1:1乃至5:1程度で通気することにより、洗浄液組成物に不溶性の汚れを気泡と共に上昇させ、不溶性の汚れをも分離することができ、スプレーによる洗浄において、その圧力は、例えば0.5〜10kg/cm<sup>2</sup>Gが好ましい。いずれの場合も洗浄時間は、好ましくは15秒間〜2時間、特に好ましくは30秒間〜20分間である。上記範囲未満では洗浄が不十分で、付着した汚れを十分に除去し得ず、一方、上記範囲を超えても洗浄効果は格別向上しない。洗浄温度は、好ましくは20〜120℃である。上記洗浄において、より高温で処理することにより洗浄効果を著しく上昇させることができる。上記範囲未満では、洗浄が不十分となり易い。

【0013】洗浄対象物となる精密部品としては、電子・電気部品、光学部品、精密機械部品などがあげられる。対象となる電気・電子部品としては、プリント配

4

基板、セラミック配線基板などの配線基板、リードフレームなどの半導体パッケージ部材、リレー、コネクタなどの接点部材、液晶、プラズマディスプレイなどの表示部品、ハードディスク記憶媒体、磁気ヘッドなどの磁気記憶部品、水晶振動子などの圧電部品、モータ、ソレノイドなどの電機機部品、センサ部品があげられる。光学部品としては、めがね、カメラ用などのレンズ、その筐体があげられる。精密機械部品としては、VTRなどに用いられる精密ベアリングなどの部品があげられる。特に、構成材料としてプラスチックを含んだ精密部品の洗浄に好ましく用いられる。

【0014】洗浄対象物に付着している汚れとしては、アスファルトピッチ、ワックス、松脂、油脂、機械油、グリース、フラックス、フォトリソ剤、接着剤などがあげられるが、特に、本発明は、アスファルトピッチ、シヤノ系などの接着剤、硬化前の合成樹脂などの汚れの洗浄に適している。このようなアスファルトピッチを具体的に例示すれば、研磨用あるいは張付用ピッチとしてのストレートアスファルト系、プロパンアスファルト系、ウッド系等のピッチが挙げられる。

【0015】洗浄対象の汚れとなる接着剤として、具体的には紫外線硬化樹脂系接着剤やシヤノ系接着剤が例示され、特に、本発明はシヤノ系接着剤の汚れに効果的である。紫外線硬化樹脂系接着剤、すなわち、UV硬化型接着剤は、紫外線を照射された部分のみが硬化し、接着強度を有することとなる接着剤であり、加熱が困難でかつ接着スピードが要求される分野に、例えばレンズ、プリズム等の光学部品の張り合わせをはじめ、液晶ディスプレイのシールや補強、プリント基板のコーティングなどによく用いられる接着剤である。

【0016】UV硬化型の接着剤としては、例えば、エポキシアクリレート、ウレタンアクリレート、ポリエタールアクリレートと単官能、多官能アクリレートモノマーとの組み合わせ(ラジカル重合型)、分子末端にアリール基やアクリロイル基を有するオリゴマーとポリオールの組み合わせ(チオール-エン付加型)、あるいは、紫外線カチオン開始剤を光分解して例えば生成するルイス酸をカチオン反応の触媒として作用させて、エポキシ、ビニルエーテルを有する樹脂を重合、固化(硬化)するもの(カチオン重合型)などが挙げられる。

【0017】また、シヤノ系接着剤は、アルキルシヤノアクリレートなどのシヤノ系化合物を主成分とする接着剤であり、迅速な作業を必要とする用途、例えば組立途中の仮止め、模型の制作や、無色透明な仕上がりで高い接着強度を併せ要求される場合、例えば金庫、宝飾、高級標識などの接着に用いられる。シヤノ系接着剤は、メチル- $\alpha$ -シヤノアクリレート、エチル- $\alpha$ -シヤノアクリレートなどに代表されるアルキルシヤノアクリレートモノマーとする接着剤であり、空気中の、又は被着体表面に存在する水分によって速やかに重合する性質

50

(4)

特開 2001-226700

5

を有している。

【0018】硬化前の合成樹脂としては、硬化前のエポキシ樹脂、ポリウレタン樹脂などの硬化性樹脂が例示される。本発明の洗浄液組成物は、このような硬化前樹脂原料組成物に対して硬化促進作用がない。また、各樹脂の物性に悪影響を及ぼすこともない。エポキシ樹脂としては、例えばビスフェノールA型エポキシ樹脂、ビスフェノールD型エポキシ樹脂、ビスフェノールAD型エポキシ樹脂、多価アルコールのポリグリシジルエーテル、多価基酸のポリグリシジルエステル、3、(3、4-エポキシシクロヘキサン)カルボキシレート、ヒニルシクロヘキセンジエポキシサイド、クレゾールノボラック型エポキシ樹脂、ヒダントイン環を有するエポキシ樹脂等が挙げられる。

【0019】ポリウレタン樹脂としては、例えばトリレンジイソシアナート(TDI)、ジフェニルメタンジイソシアナート(MDI)等のイソシアナート及びポリプロピレングリコール等のポリオール類との反応物が挙げられる。

【0020】一度洗浄に用いられた本発明の洗浄液組成物は、蒸留再生により再利用することができる。蒸留再生装置としては、減圧蒸留装置が、好ましく用いられる。好ましい蒸留再生の圧力条件は、圧力10～50 Torrであるが、これに限られるものではない。

【0021】

【実施例】以下、本発明を実施例、比較例により更に詳細に説明するが、本発明はこれら実施例により限定して解釈されるものではない。

【0022】【洗浄液の調製】芳香族化合物成分として、芳香族成分1および2を用意した。他の炭化水素成分として、ナフテン系成分として日本石油製ナフテゾールH、パラフィン系成分として日鉱石油化学製NS230も用意した。これらの性状を表1にまとめる。

【0023】

【表1】

	芳香族成分1	芳香族成分2	ナフテン系成分	パラフィン系成分
比重	1.02	1.07	0.86	0.86
沸点	104	204	—	227
凝固点	1.68	237	—	227
粘度	2.0	0.27	0.08	0.08
引火点(℃)	0.88	0.88	0.88	0.78
引火点(℃)	61	76	118	108
ビッチ洗浄性評価	○	○	×	×
接着剤洗浄性評価	×	×	×	×

【0024】芳香族成分1は、炭素数11のアルキルベンゼン38重量%、炭素数10のアルキルベンゼン38重量%、メチルインダン15重量%、ナフタレン5重量%含有する。したがって、炭素数10の芳香族炭化水素化合物を57重量%、炭素数11の芳香族炭化水素化合物を38重量%含有し、その合計は95重量%である。

【0025】芳香族成分2は、炭素数11のアルキルベンゼン25重量%、メチルナフタレン23重量%、ナフタレン14重量%、炭素数12のアルキルベンゼン13重量%、炭素数10のアルキルベンゼン10重量%、メチルインダン6重量%、炭素数11のアルキルインダン5重量%含有する。したがって、炭素数10の芳香族炭化水素化合物を24重量%、炭素数11の芳香族炭化水素化合物を60重量%含有し、その合計は84重量%である。

【0026】芳香族成分1、2にN-メチル-2-ピロリドン(以下、NMPともいう)を20重量%、50重量%配合して、洗浄液1、2の新液を調製した。この性状を表2に示す。ナフテン系成分、パラフィン系成分にNMPをそれぞれ20、50重量%配合して洗浄液を調製しようとしたが、2相に分離してしまうため、洗浄液を調製することができなかった。

【0027】

【表2】

性状		芳香族成分1 + NMP 20重量%		芳香族成分2 + NMP 50重量%	
		比重	粘度	比重	粘度
比重	比重	1.04	0.80	1.04	0.80
沸点	沸点	104	204	104	204
凝固点	凝固点	1.68	237	1.68	237
粘度	粘度	0.27	0.08	0.27	0.08
引火点	引火点	0.88	0.88	0.88	0.88
引火点	引火点	61	76	61	76
ビッチ洗浄性評価	ビッチ洗浄性評価	○	○	○	○
接着剤洗浄性評価	接着剤洗浄性評価	○	○	○	○

【0028】【ビッチ洗浄性評価】ビッチ洗浄性の評価では、ビッチ(九重電気(株)製、K級3号)を溶解した30%温度トルエン溶液に直径50mmの光学ガラスを浸し、室温で乾燥することで、均一なビッチを付着させたものを洗浄対象物として用いた。この洗浄対象物を200cm<sup>2</sup>の洗浄液で光照射された洗浄槽において、温度30℃で超音波照射下に2分間洗浄を行った。洗浄槽から取り出した洗浄対象物を、10分間立てて静置後、温風乾燥機で洗浄液を蒸気除去し乾燥した。洗浄液に、肉眼によりビッチの痕跡が全く認められないものを○、微かにでも痕跡のあるものを×として評価し、表1、2に併せて示した。この結果から、洗浄液1、2は高いビッチ洗浄性を示すことがわかる。

【0029】【接着剤洗浄性評価】接着剤洗浄性の評価では、スライドガラス(78×26×1mm)にシアノ系接着剤、ロックタイト417(日本ロックタイト製)を1滴たらし、その上からカバーガラス(22×22×0.15mm)を置き、指圧で圧着した。接着剤による汚れを作るためにカバーガラスの表面中央にも1滴

50



(5)

特開2001-226700

7

た。室温で放置後、1分後にガラス同士は接着していたが、そのまま10分以上放置して洗浄対象物として用いた。この洗浄対象物を200cm<sup>3</sup>の洗浄液が充填された洗浄槽において液温30℃で超音波照射下に30秒間洗浄を行った後、70℃の温風で乾燥した。カバーガラス上の汚れおよび圧着により縁部からはみ出している接着剤を目視にて観察し、汚れおよび接着剤の痕跡が全く認められないものを○、微かにでも痕跡のあるものを×として評価し、表1、2に併せて示した。この結果から、洗浄液1、2は高い接着剤洗浄性を示すことがわかる。

【0030】【再生性評価】 洗浄液1、2について、蒸留再生性の評価を行った。上述のビッチ洗浄性評価および接着剤洗浄性評価をそれぞれ10枚ずつ行った洗浄

8

液を30 Torrの減圧下で蒸留再生し、98容重%を回収した。この再生液を洗浄液として用いて、上述のビッチ洗浄性評価および接着剤洗浄性評価を行い評価した。また、その性状を評価して、表2に併せて示した。この結果から、蒸留再生しても、蒸留性状、密度には変化が無く、新液と同等の洗浄性を保つことがわかる。

【0031】

【発明の効果】本発明の洗浄液は、N-メチル-2-ピロリドンに10～60重量%含有し、炭素数10または11の芳香族炭化水素化合物を主成分とする芳香族化合物成分を90～40重量%含有するものであり、電子・電気部品、光学部品、精密機械部品などの精密部品の洗浄に優れた性能を有し、かつ、洗浄液の再生利用が可能であるので、環境上の問題もない。

10